

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 08-187605

(43)Date of publication of application : 23.07.1996

(51)Int.Cl.

B23B 27/14

B23P 15/28

C23C 14/14

C23C 16/32

C23C 16/34

C23C 16/36

C23C 16/40

(21)Application number : 06-340058

(71)Applicant : MITSUBISHI MATERIALS CORP

(22)Date of filing : 28.12.1994

(72)Inventor : NAKAMURA KEIJI

AKIYAMA KAZUHIRO

SUZUKI IKURO

(54) CUTTING TOOL OF SURFACE COATED TUNGSTEN CARBIDE BASED CEMENTED CARBIDE WITH ITS HARD COATING LAYER HAVING EXCELLENT INTER-LAYER ADHESION

(57)Abstract:

PURPOSE: To provide a cutting tool of coated cemented carbide with its hard coating layers having excellent interlayer adhesion.

CONSTITUTION: A cutting tool of coated cemented carbide comprises a first layer of TiN layer having granular crystal structure on surface of a cemented carbide base, a second layer of TiCN layer having vertically-grown crystal structure, a third layer of TiC layer having granular crystal structure, a fourth layer of Al₂O₃ layer having structure mainly of copper type crystal, and a fifth layer, if necessary, of TiN layer having granular crystal structure. The first layer and the second layer, or the first-third layers are formed as hard coating layer of average layer thickness 3-30μm in which the grain boundary contains at least W and Co of components constituting the base by diffusion.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

10.07.1998

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 14.08.2001

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3269305

[Date of registration] 18.01.2002

[Number of appeal against examiner's decision of rejection] 2001-16143

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection] 11.09.2001

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-187605

(43) 公開日 平成8年(1996)7月23日

(51) Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
B 2 3 B 27/14	A			
B 2 3 P 15/28	A			
C 2 3 C 14/14	G			
16/32				
16/34				

審査請求 未請求 請求項の数 2 F D (全 10 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願平6-340058	(71) 出願人	000006264 三菱マテリアル株式会社 東京都千代田区大手町1丁目5番1号
(22) 出願日	平成6年(1994)12月28日	(72) 発明者	中村 恵滋 埼玉県大宮市北袋町1-297 三菱マテリアル株式会社中央研究所内
		(72) 発明者	秋山 和裕 埼玉県大宮市北袋町1-297 三菱マテリアル株式会社中央研究所内
		(72) 発明者	鈴木 育郎 埼玉県大宮市北袋町1-297 三菱マテリアル株式会社中央研究所内
		(74) 代理人	弁理士 富田 和夫 (外1名)

(54) 【発明の名称】 硬質被覆層がすぐれた層間密着性を有する表面被覆炭化タングステン基超硬合金製切削工具

(57) 【要約】

【目的】 硬質被覆層がすぐれた層間密着性を有する被覆超硬合金製切削工具を提供する。

【構成】 被覆超硬合金製切削工具が、超硬合金基体の表面に、粒状結晶組織を有するT i N層の第1層、縦長成長結晶組織を有するT i C N層の第2層、粒状結晶組織を有するT i C層の第3層、およびカップー型結晶を主体とする組織を有するA l₂ O₃層の第4層、さらに必要に応じて粒状結晶組織を有するT i N層の第5層からなり、かつ前記第1、2層または第1～3層の結晶粒界に基体を構成する成分のうちの少なくともWとC oが拡散含有する硬質被覆層を3～30 μmの平均層厚で形成したものからなる。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 全体的に均質な炭化タングステン基超硬合金基体、または表面部に結合相富化帯域を有する炭化タングステン基超硬合金基体の表面に、窒化チタンの第1層、炭窒化チタンの第2層、炭化チタンの第3層、および酸化アルミニウムの第4層からなる硬質被覆層を3～30μmの平均層厚で形成してなる表面被覆炭化タングステン基超硬合金製切削工具において、

(a) 上記第1層および第3層を粒状結晶組織、上記第2層を縦長成長結晶組織、上記第4層をカップ型結晶を主体とした組織とすると共に、

(b) 上記第1、2層または上記第1～3層の結晶粒界に、上記基体を構成する成分のうちの少なくともWとCoが拡散含有すること、を特徴とする硬質被覆層がすぐれた層間密着性を有する表面被覆炭化タングステン基超硬合金製切削工具。

【請求項2】 全体的に均質な炭化タングステン基超硬合金基体、または表面部に結合相富化帯域を有する炭化タングステン基超硬合金基体の表面に、窒化チタンの第1層、炭窒化チタンの第2層、炭化チタンの第3層、および酸化アルミニウムの第4層、さらに窒化チタンの第5層からなる硬質被覆層を3～30μmの平均層厚で形成してなる表面被覆炭化タングステン基超硬合金製切削工具において、

(a) 上記第1層、上記第3層、および第5層を粒状結晶組織、上記第2層を縦長成長結晶組織、上記第4層をカップ型結晶を主体とした組織とすると共に、

(b) 上記第1、2層または上記第1～3層の結晶粒界に、上記基体を構成する成分のうちの少なくともWとCoが拡散含有すること。を特徴とする硬質被覆層がすぐれた層間密着性を有する表面被覆炭化タングステン基超硬合金製切削工具。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 この発明は、硬質被覆層がすぐれた層間密着性を有し、したがって切削抵抗の大きい、例えば軟鋼などの切削に用いた場合に長期に亘ってすぐれた切削性能を発揮する表面被覆炭化タングステン基超硬合金製切削工具（以下、被覆超硬切削工具という）に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 従来、例えば特公昭57-1585号公報や特公昭59-52703号公報に記載されるように、全体的に均質な炭化タングステン基超硬合金基体や、結合相形成成分としての例えばCoなどの含有量が基体内部に比して相対的に高い表面部、すなわち表面部に結合相富化帯域を有する炭化タングステン基超硬合金基体（以下、これらを総称して超硬合金基体という）の表面に、化学蒸着法や物理蒸着法を用いて、窒化チタン（以下、TiNで示す）の第1層、炭窒化チタン（以

下、TiCNで示す）の第2層、炭化チタン（以下、TiCで示す）の第3層、および酸化アルミニウム（以下、Al₂O₃で示す）の第4層、さらに必要に応じてTiNの第5層からなる硬質被覆層を3～30μmの平均層厚で形成してなる被覆超硬切削工具が、主に合金鋼や鋳鉄の施削やフライス切削などに用いられていることは、良く知られているところである。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】 一方、近年の切削機械のFA化はめざましく、かつ切削加工の省力化の要求と相まって、切削工具には汎用性が求められる傾向にあるが、上記の従来被覆超硬切削工具においては、これを合金鋼や鋳鉄などの切削に用いた場合には問題はないが、特に切削抵抗の高い軟鋼などの切削に用いた場合、硬質被覆層の層間密着性が十分でないために、硬質被覆層に層間剥離やチッピングが発生し易く、これが原因で比較的短時間で使用寿命に至るのが現状である。

【0004】

【課題を解決するための手段】 そこで、本発明者等は、上述のような観点から、上記の従来被覆超硬切削工具に着目し、これを構成する硬質被覆層の層間密着性の向上をはかるべく研究を行なった結果、

(a) 上記の従来被覆超硬切削工具を構成する硬質被覆層において、超硬合金基体に対する第1層のTiN層の密着性は相対的に高いが、第2層のTiCN層と第1層のTiN層および第3層のTiC層、並びに第4層のAl₂O₃層と第3層のTiC層および第5層のTiN層の密着性が不十分であり、これが原因で層間剥離やチッピングが発生し易くなること。

(b) 上記の従来被覆超硬切削工具を構成する硬質被覆層において、第1層のTiN層、第2層のTiCN層、第3層のTiC層、さらに必要に応じて形成される第5層のTiN層はいずれも粒状結晶組織をもち、第4層のAl₂O₃層はアルファ型結晶組織をもつが、前記第2層のTiCN層を縦長成長結晶組織とすると共に、前記第4層のAl₂O₃層をカップ型結晶を主体とする組織、望ましくは、カップ型結晶が50容量%以上を占め、残りがアルファ型結晶からなる混合組織、さらに望ましくは実質的にカップ型結晶からなる組織とすると、前記第2層に対する第1層のTiN層および第3層のTiC層、並びに前記第4層に対する第3層のTiC層、および第5層のTiN層の密着性が著しく向上すること。

(c) 第2層のTiCN層または第3層のTiC層形成後に、10～100torrの水素雰囲気中、温度：850～1100℃に1～5時間保持の条件で加熱処理を施すと、超硬合金基体を構成する成分のうち少なくともWとCo成分が毛細管現象により第1、2層または第1～3層の粒界に拡散移動し、これらの層の粒界に少なくともWとCoが含有するようになり、この結果結晶粒間密

着性の向上と相まって層間密着性が一段と向上することになること。以上(a)～(c)に示される研究結果を得たのである。

【0005】この発明は、上記の研究結果にもとづいてなされたものであって、超硬合金基体の表面に、第1層のTiN層、第2層のTiCN層、第3層のTiC層、および第4層のAl₂O₃層、さらに必要に応じて第5層のTiN層からなる硬質被覆層を3～30μmの平均層厚で形成してなる被覆超硬切削工具において、(a)

上記第1層、上記第3層、および上記第5層を粒状結晶組織、上記第2層を縦長成長結晶組織、上記第4層を

10 カッパー型結晶を主体とした組織とすると共に、(b) 上記第1、2層または上記第1～3層の結晶粒界に、上記超硬合金基体を構成する成分のうちの少なくともWとCoを含有させること、以上(a)および(b)により上記硬質被覆層にすぐれた層間密着性を具備せしめた被覆超硬切削工具に特徴を有するものである。

【0006】なお、この発明の被覆超硬切削工具を構成する硬質被覆層のうちの第2層の縦長結晶組織を有するTiCN層は、例えば特開平6-8010号公報に記載

20 される通り、
(ア) 反応ガス組成、容量%で、TiCl₄ : 1～4%、CH₃CN : 0.1～5%、N₂ : 0～35%、H₂ : 残り、

(イ) 反応温度 : 850～950℃、

(ウ) 雰囲気圧力 : 30～200 torr、

の条件で形成するのが望ましい。一方、粒状結晶組織を有するTiCN層は、通常、

(ア) 反応ガス組成、容量%で、TiCl₄ : 1～5%、CH₄ : 2～7%、N₂ : 15～30%、
30 H₂ : 残り、

(イ) 反応温度 : 950～1050℃、

(ウ) 雰囲気圧力 : 30～200 torr、

の条件で形成される。また、カッパー型結晶を主体とする組織を有するAl₂O₃層は、

(ア) 反応ガス組成、容量%で、初期段階の1～120分を、AlCl₃ : 1～20%、H₂ : 残り、または、AlCl₃ : 1～20%、HCl : 1～20%および/またはH₂S : 0.05～5%、H₂ : 残り、とし、以後、AlCl₃ : 1～20%、CO₂ : 0.5～30%、H₂ : 残り、または、AlCl₃ : 1～20%、CO₂ : 0.5～30%、HCl : 1～20%および/またはH₂S : 0.05～5%、H₂ : 残り、
40

(イ) 反応温度 : 850～1000℃、

(ウ) 雰囲気圧力 : 30～200 torr、

の条件で形成される。

【0007】また、この発明の被覆超硬切削工具を構成する硬質被覆層は、化学蒸着法および/または物理蒸着法にて、上記の条件および通常の条件で、超硬合金基体

の表面に、まず第1層のTiN層を蒸着し、ついで第2層のTiCN層から第4層のAl₂O₃層まで、さらに必要に応じて第5層のTiN層を順次蒸着することによって形成されるが、前記第2層以降の形成に際して、前記第1層のTiN層中に前記超硬合金基体中のC成分が拡散固溶する場合があるが、この場合は前記第1層の一部あるいは全体がTiCNとなる。

【0008】さらに、上記硬質被覆層の平均層厚を3～30μmと定めたのは、その平均層厚が3μm未満では所望のすぐれた耐摩耗性を確保することができず、一方その平均層厚が30μmを越えると耐久損性が急激に低下するようになるという理由によるものであり、また第1層のTiN層の平均層厚は0.1～5μm、第2層のTiCN層のそれは3～20μm、第3層のTiC層は1～10μm、第4層のAl₂O₃層は0.1～15μm、さらに第5層のTiN層は0.1～5μmの平均層厚とするのが望ましい。

【0009】

【実施例】つぎに、この発明の被覆超硬切削工具を実施例により具体的に説明する。原料粉末として、平均粒径 : 3μmを有する中粒WC粉末、同5μmの粗粒WC粉末、同1.5μmの(Ti, W)C(重量比で、以下同じ、TiC/WC=30/70)粉末、同1.2μmの(Ti, W)CN(TiC/TiN/WC=24/20/56)粉末、および同1.2μmのCo粉末を用意し、これら原料粉末を表1に示される配合組成に配合し、ボールミルで72時間湿式混合し、乾燥した後、ISO・CNMG120408(超硬合金基体A～D用)および同SEEN42AF TN1(超硬合金基体E用)に定める形状の圧粉体にプレス成形し、この圧粉体を同じく表1に示される条件で真空焼結することにより超硬合金基体A～Eをそれぞれ製造した。さらに、上記超硬合金基体Bに対して、100 torrのCH₄ガス雰囲気中、温度 : 1400℃に1時間保持後、徐冷の浸炭処理を施し、処理後、基体表面に付着するカーボンとCoを酸およびバレル研磨で除去することにより、表面から10μmの位置で最大Co含有量 : 15重量%、深さ : 40μmのCo富化帯域を基体表面部に形成した。また、上記超硬合金基体AおよびDには、焼結したままで、表面部に表面から15μmの位置で最大Co含有量 : 9重量%、深さ : 20μmのCo富化帯域が形成されており、残りの超硬合金基体CおよびEには、前記Co富化帯域の形成がなく、全体的に均質な組織をもつものであった。さらに、表1には上記超硬合金基体A～Eの内部硬さ(ロックウェル硬さAスケール)をそれぞれ示した。

【0010】ついで、これらの超硬合金基体A～Eの表面に、ホーニングを施した状態で、通常の化学蒸着装置を用い、表2に示される条件で、表3～6に示される組成および結晶組織、並びに平均層厚の硬質被覆層を形成

5

し、この間第2層形成後に35 torrの水素雰囲気中、温度：1050℃に1～5時間の範囲内の所定時間保持の条件で加熱処理を施すことにより本発明被覆超硬切削工具1～7を製造すると共に、前記加熱処理を行わずに従来被覆超硬切削工具1～7をそれぞれ製造した。この結果得られた各種の被覆超硬切削工具を構成する硬質被覆層の第1、2層について、それぞれの層を透過電子顕微鏡（TEM）で観察して各層毎適宜5ヶ所の粒界を特定し、この特定粒界のWおよびCの含有量をエネルギー分散型X線測定装置で定量分析した。これらの結果を表3～6に平均値で示した。

【0011】また、上記本発明被覆超硬切削工具1～5および従来被覆超硬切削工具1～5について、

被削材：軟鋼の丸棒、

切削速度：335m/min、

送り：0.26mm/rev、

切込み：2mm、

切削時間：20分、

の条件での軟鋼の連続切削試験、および、

6

被削材：軟鋼の角材、

切削速度：305m/min、

送り：0.26mm/rev、

切込み：1.5mm、

切削時間：25分、

の条件での軟鋼の断続切削試験を行ない、いずれの切削試験でも切刃の逃げ面摩耗幅を測定した。これらの測定結果を表4、6に示した。さらに、上記本発明被覆超硬切削工具6、7および従来被覆超硬切削工具6、7について、

被削材：軟鋼の角材、

切削速度：305m/min、

送り：0.36mm/刃、

切込み：2.5mm、

切削時間：30分、

の条件で軟鋼のフライス切削を行ない、切刃の逃げ面摩耗幅を測定した。この測定結果も表4、6に示した。

【0012】

【表1】

種別	配 合 組 成 (重量%)					真 空 焼 結 条 件			内部硬さ (H _R A)
	Co	(Ti, W) C	(Ti, W) CN	(Ta, Nb) C	WC	真空度 (torr)	温 度 (°C)	保持時間 (時間)	
A	6	-	6	4	残 (中粒)	0.10	1380	1	90.5
B	5	5	-	5	残 (中粒)	0.05	1450	1	91.0
C	9	8	-	5	残 (中粒)	0.05	1380	1.5	90.3
D	5	-	5	3	残 (中粒)	0.10	1410	1	91.1
E	10	-	-	2	残 (粗粒)	0.05	1380	1	89.7

超硬合金基体

[0013]

[表2]

硬質被覆層		硬質被覆層形成条件		
組成	結晶組織 (%:容重%)	反応ガス組成 (容重%)	反応雰囲気	
			圧力 (torr)	温度 (°C)
TiN (第1層)	粒 状	TiCl ₄ :2%, N ₂ :25%, H ₂ :残	50	920
TiN (第5層)	粒 状	TiCl ₄ :2%, N ₂ :30%, H ₂ :残	200	1020
TiCN	縦長成長	TiCl ₄ :2%, CH ₄ :0.6%, N ₂ :20%, H ₂ :残	50	910
TiCN	粒 状	TiCl ₄ :2%, CH ₄ :4%, N ₂ :20%, H ₂ :残	50	1020
TiC	粒 状	TiCl ₄ :2%, CH ₄ :5%, H ₂ :残	50	1020
Al ₂ O ₃	K:100%	初期段階30分:AlCl ₃ :3%, H ₂ :残、 以後:AlCl ₃ :3%, H ₂ S:0.3%, CO ₂ :5%, H ₂ :残	50	970
Al ₂ O ₃	K: 85%	初期段階30分:AlCl ₃ :3%, H ₂ :残、 以後:AlCl ₃ :3%, H ₂ S:0.2%, CO ₂ :6%, H ₂ :残	50	980
Al ₂ O ₃	K: 55%	初期段階30分:AlCl ₃ :3%, H ₂ S:0.05%, H ₂ :残、 以後:AlCl ₃ :3%, H ₂ S:0.1%, CO ₂ :8%, H ₂ :残	50	1000
Al ₃ O ₃	a:100%	AlCl ₃ :3%, CO ₂ :10%, H ₂ :残	100	1020

(表中、K:カッパー型、a:アルファ型を示す)

【0014】

【表3】

種 別	基体 記号	硬 質 被 覆 層 (平均層厚は μm 、WおよびCoは粒界含有量を示す)					
		第 1 層			第 2 層		
		組 成 (平均層厚)	結晶組織	W (原子%)	Co (原子%)	組 成 (平均層厚)	結晶組織
1	A	TiN (0.8)	粒 状	26.61	22.84	TiCN (6.7)	縦長成長
2	A	TiN (0.6)	粒 状	30.19	27.43	TiCN (3.3)	縦長成長
3	D	TiN (0.7)	粒 状	10.64	8.92	TiCN (3.6)	縦長成長
4	B	TiN (1.6)	粒 状	32.49	29.54	TiCN (4.7)	縦長成長
5	C	TiN (0.1)	粒 状	37.99	34.48	TiCN (6.8)	縦長成長
6	E	TiN (0.3)	粒 状	23.05	20.44	TiCN (2.6)	縦長成長
7	E	TiN (0.2)	粒 状	30.47	28.01	TiCN (2.6)	縦長成長

本発明被覆超硬切削工具

[0015]

[表4]

種別	硬質被覆層 (Kはカーバイド結晶を示す)										送り面摩耗層 (μ)	
	第3層					第4層						
	組成 (平均層厚)	結晶組織	W (原子%)	Co (原子%)	組成 (平均層厚)	結晶組織	組成 (平均層厚)	結晶組織	組成 (平均層厚)	結晶組織	連続切削	断続切削
1	TiC (3.0)	粒状	0.96	3.41	Al ₂ O ₃ (2.6)	K:100%	TiN (0.3)	粒状			0.18	0.23
2	TiC (2.4)	粒状	0.64	2.81	Al ₂ O ₃ (6.1)	K:85%	-	-			0.22	0.24
3	TiC (2.9)	粒状	0.39	0.69	Al ₂ O ₃ (5.8)	K:100%	-	-			0.17	0.23
4	TiC (1.5)	粒状	0.18	0.47	Al ₂ O ₃ (3.8)	K:100%	-	-			0.20	0.21
5	TiC (3.3)	粒状	2.33	4.74	Al ₂ O ₃ (1.1)	K:55%	TiN (0.2)	粒状			0.24	0.26
6	TiC (1.5)	粒状	2.56	5.08	Al ₂ O ₃ (0.5)	K:100%	-	-			0.19 (フライス切削)	
7	TiC (1.4)	粒状	3.04	5.99	Al ₂ O ₃ (0.4)	K:100%	TiN (0.3)	粒状			0.20 (フライス切削)	

本発明被覆超硬切削工具

本発明被覆超硬切削工具

[0016]

[表5]

種別	基体 記号	硬質被覆層 (平均層厚は μm 、WおよびCoは粒界含有量を示す)							
		第1層				第2層			
		組成 (平均層厚)	結晶組織	W (原子%)	Co (原子%)	組成 (平均層厚)	結晶組織	W (原子%)	Co (原子%)
1	A	TiN (1.0)	粒状	-	-	TiCN (6.2)	粒状	-	-
2	A	TiN (0.5)	粒状	-	-	TiCN (3.1)	粒状	-	-
3	D	TiN (0.7)	粒状	-	-	TiCN (3.5)	粒状	-	-
4	B	TiN (1.8)	粒状	-	-	TiCN (4.5)	粒状	-	-
5	C	TiN (0.4)	粒状	-	-	TiCN (6.5)	粒状	-	-
6	E	TiN (0.3)	粒状	-	-	TiCN (2.7)	粒状	-	-
7	E	TiN (0.3)	粒状	-	-	TiCN (2.6)	粒状	-	-

従来被覆超硬切削工具

【0017】

【表6】

種別	硬質被覆層 (aはアルファ型結晶を示す)						逃げ面摩耗幅 (mm)	
	第3層			第4層			第5層	
	組成 (平均厚)	結晶組織	W (原子%)	Co (原子%)	組成 (平均厚)	結晶組織	組成 (平均厚)	結晶組織
1	TiC (3.1)	粒状	-	-	Al ₂ O ₃ (2.5)	a:100%	TiN (0.4)	粒状
2	TiC (2.1)	粒状	-	-	Al ₂ O ₃ (5.9)	a:100%	-	-
3	TiC (3.2)	粒状	-	-	Al ₂ O ₃ (6.0)	a:100%	-	-
4	TiC (1.6)	粒状	-	-	Al ₂ O ₃ (3.9)	a:100%	-	-
5	TiC (3.3)	粒状	-	-	Al ₂ O ₃ (1.2)	a:100%	TiN (0.2)	粒状
6	TiC (1.5)	粒状	-	-	Al ₂ O ₃ (0.5)	a:100%	-	-
7	TiC (1.5)	粒状	-	-	Al ₂ O ₃ (0.6)	a:100%	TiN (0.3)	粒状

従来被覆超硬切削工具

【0018】

【発明の効果】表3～6に示される結果から、本発明被覆超硬切削工具1～7は、いずれも切削抵抗の高い軟鋼の切削にもかかわらず、硬質被覆層に層間剥離やチッピングの発生なく、すぐれた耐摩耗性を示すのに対して、従来被覆超硬切削工具1～7は、硬質被覆層における層間密着性が不十分なために、軟鋼の切削では層間剥離や

チッピングが発生し、比較的短時間で使用寿命に至ることが明らかである。上述のように、この発明の被覆超硬切削工具は、これを構成する硬質被覆層がすぐれた層間密着性を有するので、合金鋼や鋳鉄などの切削は勿論のこと、切削抵抗の高い軟鋼などの切削に用いた場合にも長期に亘ってすぐれた切削性能を発揮するのである。

フロントページの続き

(51)Int. Cl. 6

C 23 C 16/36

16/40

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所